

**(54) PRODUCTION OF HIGH PURITY COPPER FOR HIGH VACUUM DEVICE**

(11) 5-59462 (A) (43) 9.3.1993 (19) JP

(21) Appl. No. 3-218826 (22) 29.8.1991

(71) FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE (72) MUTSUO SAKAMOTO(1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C22B15/14, C22B9/04

**PURPOSE:** To produce high purity copper for a high vacuum device releasing a small amt. of gas, especially hydrogen from an ingot obtd. by melting and casting in ordinary vacuum or in an atmosphere of nonoxidizing gas.

**CONSTITUTION:** When a copper ingot is subjected to plastic working and heat treatment once or more to produce high purity copper having a desired shape and size, heat treatment is carried out at least once at 500-1,000°C for  $\geq 1$  hr in a high vacuum vessel evacuated to  $\leq 10^{-3}$  Torr pressure.

**(54) PRODUCTION OF METALLIC ACTINOID**

(11) 5-59463 (A) (43) 9.3.1993 (19) JP

(21) Appl. No. 3-298595 (22) 30.8.1991

(71) JAPAN ATOM ENERGY RES INST (72) MUNEO HANDA(1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C22B60/02, C23C8/24, C25C3/34

**PURPOSE:** To produce metallic actinoid without generating  $\alpha$ -radioactive process waste.

**CONSTITUTION:** Actinoid oxide as starting material is mixed with carbon powder and pelletized to form green pellets. These pellets are heated to a high temp. of  $\geq 1,300^\circ\text{C}$  in flows of a mixture of inert gas such as Ar with gaseous nitrogen and a mixture of inert gas with gaseous hydrogen to produce actinoid nitride. This nitride is electrolytically refined in a molten salt such as molten sodium chloride or lithium chloride. In these two reaction processes,  $\alpha$ -radioactive process waste is not generated.

**(54) OXIDATION RESISTANT TiAl INTERMETALLIC COMPOUND MATERIAL AND PRODUCTION OF IT**

(11) 5-59464 (A) (43) 9.3.1993 (19) JP

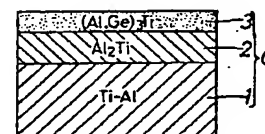
(21) Appl. No. 3-242362 (22) 29.8.1991

(71) HONDA MOTOR CO LTD (72) YOSHINARI FUJIWARA(2)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>. C22C1/00

**PURPOSE:** To provide a TiAl intermetallic compd. material having excellent oxidation resistance at high temp.

**CONSTITUTION:** A middle layer 2 of  $\text{Al}_2\text{Ti}$  as an intermetallic compd. is formed on a substrate 1 of TiAl as an intermetallic compd. so that the layer 2 is integrated with the substrate 1 and a surface layer 3 of  $(\text{Al}, \text{Ge})_3\text{Ti}$  as an intermetallic compd. is formed on the middle layer 2 so that the layer 3 is integrated with the layer 2. The surface layer 3 is very dense and has function to prevent the penetration and diffusion of oxygen from the outside. The middle layer 2 has function to prevent the oxidation of the substrate 1.



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-59462

(43)公開日 平成5年(1993)3月9日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 2 B 15/14

9/04

識別記号

庁内整理番号

9271-4K

7727-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 3 頁)

(21)出願番号 特願平3-218826

(22)出願日 平成3年(1991)8月29日

(71)出願人 000005290

古河電気工業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(72)発明者 阪本 睦夫

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古

河電気工業株式会社内

(72)発明者 渡邊 肇

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古

河電気工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 鈴江 武彦

(54)【発明の名称】 高真空装置用高純度銅の製造方法

(57)【要約】

【目的】本発明は、通常の真空または非酸化性ガス雰囲気中で溶解、鑄造された鑄塊から放出ガス量、特に放出水素量の少ない高真空装置用高純度銅を製造する方法を提供しようとするものである。

【構成】銅鑄塊に塑性加工と加熱処理を少なくともそれぞれ1回以上行なうことにより所望の寸法、形状の高純度銅を製造する方法において、前記加熱処理を少なくとも1回は圧力が $10^{-3}$  torr以下の高真空の容器内で500～1000℃、1時間以上行なうことを特徴としている。

**【特許請求の範囲】**

**【請求項 1】** 銅鑄塊に塑性加工と加熱処理を少なくともそれぞれ1回以上行なうことにより所望の寸法、形状の高純度銅を製造する方法において、前記加熱処理を少なくとも1回は圧力が $10^{-3}$  torr 以下の高真空の容器内で500～1000℃、1時間以上行なうことを特徴とする高真空装置用高純度銅の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【産業上の利用分野】** 本発明は、高真空装置に使用される高純度銅の製造方法に関する。

**【0002】**

**【従来の技術】** 一般に、高真空装置に使用される導電材料は、長期間に亘ってガス放出が少く、導電率が高いことが要求されるため、純度が99.99%程度の高純度銅が用いられている。

**【0003】** ところで、前述した高純度銅の製造方法としては従来より高純度の電気銅を真空中で溶解、鑄造した後、大気中または非酸化性ガス中における加熱と熱間または冷間加工を繰り返すことにより型材を作製し、これを切削加工して所望の形状に仕上げる工程が採用されている。かかる高純度銅の製造において、型材中に含有される不純物、特に水素を主成分とするガス成分を極力減少させること、および最終切削加工材の表面を平滑にしてガスの吸着面積を少なくすることが重要である。

**【0004】** 前記後者の要望である最終切削加工材の表面を平滑にする方法は、通常ダイヤモンドバイト切削による鏡面加工により達成することが可能である。

**【0005】**

**【発明が解決しようとする課題】** しかしながら、型材中に含有される不純物、特に水素を主成分とするガス成分を極力減少させるために従来では真空溶解鑄造設備を必要とするため、設備が高価となり、しかも大型の鑄塊を得ることが困難であるという問題がある上、最終製品の水素放出特性も十分満足するものでなかった。

**【0006】** 本発明は、前記従来の問題点を解決するためになされたもので、通常の真空または非酸化性ガス雰囲気中で溶解、鑄造された鑄塊から放出ガス量、特に放出水素量の少ない高真空装置用高純度銅を製造する方法を提供しようとするものである。

**【0007】**

**【課題を解決するための手段】** 本発明は、銅鑄塊に塑性加工と加熱処理を少なくともそれぞれ1回以上行なうことにより所望の寸法、形状の高純度銅を製造する方法において、前記加熱処理を少なくとも1回は圧力が $10^{-3}$  torr 以下の高真空の容器内で500～1000℃、1時間以上行なうことを特徴とする高真空装置用高純度銅の製造方法である。

**【0008】** 前塑性加工としては、例えば熱間または冷間鍛造を採用することができる。

**【0009】** 前記容器内での加熱処理における真空度を限定した理由は、その真空度が $10^{-3}$  torr を越えると（低真空度側）、製品の脱ガスを十分に達成されなくなるからである。

**【0010】** 同様に、前記加熱処理における温度、時間を限定し理由は、500℃未満または1時間未満にすると製品の脱ガスが十分に達成されなくなるからであり、一方、加熱処理における温度が1000℃を越えると銅の融点近くになるため、作業が困難となるからである。特に、800～1000℃、5時間以上で加熱処理を行うことが好ましい。ただし、加熱処理時間については長い方が脱ガス効果を高めることが可能となるが、経済性を考慮した上で、製品の大きさに応じて決定される。

**【0011】** 本発明に係わる高純度銅の製造方法においては、第1の塑性加工、加熱処理、第2の塑性加工の後にさらに加熱処理を施したり、前記第2の塑性加工の後にさらに加熱処理、第3の塑性加工を施したりすることを許容する。この場合、さらに付加される加熱処理は前述したのと同様な条件（圧力が $10^{-3}$  torr 以下の高真空の容器内で500～1000℃、1時間以上）で行なわれることが好ましいが経済性を考慮すると少なくとも1度行なえば相当の効果があることが確認されている。

**【0012】** なお、最終段階の前記加熱処理後にガス雰囲気中で加熱させると、雰囲気ガスが銅中に再浸透するため、前記脱ガスのための加熱処理を行なった後には200℃以上の加熱を避けることが望ましい。

**【0013】**

**【作用】** 本発明によれば、銅鑄塊を塑性加工、加熱処理を少なくとも1回以上行なうことにより所望の寸法、形状の高純度銅を製造する方法において、前記加熱処理を少なくとも1回は圧力が $10^{-3}$  torr 以下の高真空の容器内で500～1000℃、1時間以上行なうことによって、必ずしも大型で高価な真空溶解鑄造設備を用いることなく、放出ガス量、特に放出水素量の少ない高真空装置用高純度銅を極めて簡単かつ安価に製造することができる。

**【0014】**

**【実施例】** 以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

**【0015】** 実施例1～4

通常のコ+H<sub>2</sub> ガス雰囲気中で直径300mm、長さ300mmの高純度銅を鑄造した後、下記表1に示す工程で加工した後、ダイヤモンドバイトで表面を切削加工して20mm×20mm×30mmの4種の高純度銅試料を製造した。

**【0016】** 比較例1～3

実施例1と同様な高純度銅鑄造物を下記表2に示す工程で加工した後、ダイヤモンドバイトで表面を切削加工して20mm×20mm×30mmの4種の高純度銅試料を製造した。

**【0017】** 従来例

実施例1と同様な高純度銅鑄造物を下記表2に示す工程で加工した後、ダイヤモンドバイトで表面を切削加工して20mm×20mm×30mmの4種の高純度銅試料を製造した。

【0018】本実施例1～4、比較例1～3および従来\*

\*例により製造された各試料を真空中で850℃に30分間放置して放出されるガス量を質量分析器により測定した。その結果を同表1、表2に併記した。

【0019】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
第1工程	鋳造	同左	同左	同左
第2工程	800℃大気加熱	同左	同左	同左
第3工程	熱間鍛造	同左	同左	同左
第4工程	真空加熱 500℃×1hr	同左 800℃×1hr	同左 800℃×5hr	同左 800℃×5hr
第5工程	冷間鍛造	同左	同左	同左
第6工程	—	—	—	真空加熱 500℃×2hr
ガス放出量*	0.2	0.1	0.08	0.06

ガス放出量\*の単位は、mg/100g（試料100g中の放出ガス量）である。

【0020】

【表2】

	比較例1	比較例2	比較例3	従来例
第1工程	鋳造	同左	同左	同左
第2工程	800℃大気加熱	同左	同左	同左
第3工程	熱間鍛造	同左	同左	同左
第4工程	真空加熱 400℃×1hr	同左 800℃×0.5hr	同左 800℃×5hr	N <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> ガス中 400℃×0.5hr
第5工程	冷間鍛造	同左	同左	同左
第6工程	—	—	N <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> ガス中 300℃で加熱	—
ガス放出量*	0.4	0.5	0.9	1.2

ガス放出量\*の単位は、mg/100g（試料100g中の放出ガス量）である。

【0021】前記表1および表2から明らかなように本実施例1～4の高純度銅試料は、比較例1～3、従来例に比べて放出ガス量が極めて少ないことがわかる。

【0022】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば必※

ずしも大型で高価な真空溶解鑄造設備を用いることなく、放出ガス量の少ない高真空装置に有用な高純度銅を極めて簡単かつ安価に製造し得る方法を提供することができる。